

PCT

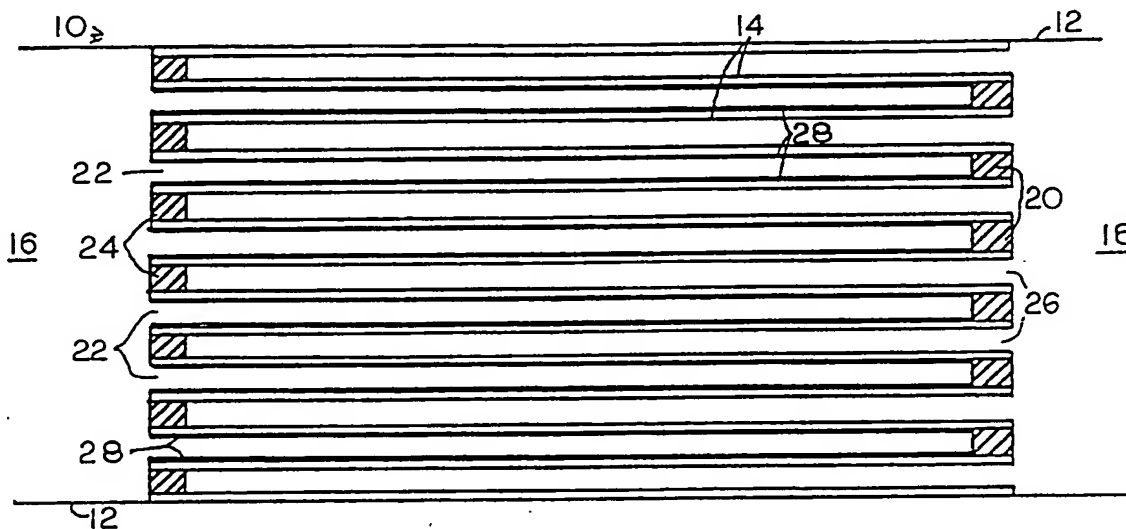
WORLD INTELLECTUAL PROPERTY ORGANIZATION
International Bureau



INTERNATIONAL APPLICATION PUBLISHED UNDER THE PATENT COOPERATION TREATY (PCT)

(51) International Patent Classification ⁵ : B01D 61/00		A1	(11) International Publication Number: WO 92/11921
			(43) International Publication Date: 23 July 1992 (23.07.92)
(21) International Application Number: PCT/US91/09122 (22) International Filing Date: 5 December 1991 (05.12.91) (30) Priority data: 639,568 10 January 1991 (10.01.91) US (71) Applicant: CERAMEM CORPORATION [US/US]; 12 Clematis Avenue, Waltham, MA 02154 (US). (72) Inventors: GOLDSMITH, Robert, L. ; 323 Waverly Street, Belmont, MA 01778 (US). BISHOP, Bruce, A. ; 13 Acorn Street, Cambridge, MA 02139 (US). (74) Agent: CROWLEY, Richard, P.; Wianno Place, 901 Main Street, Osterville, MA 02655 (US).		(81) Designated States: AT (European patent), AU, BE (European patent), BR, CA, CH (European patent), DE (European patent), DK (European patent), ES (European patent), FR (European patent), GB (European patent), GR (European patent), IT (European patent), JP, LU (European patent), MC (European patent), NL (European patent), NO, SE (European patent). Published With international search report.	

(54) Title: BACK FLUSHABLE FILTRATION DEVICE AND METHOD OF FORMING AND USING SAME



(57) Abstract

A back-flushable filtration device is provided. The device includes a monolith (10) of porous material (14) having an inlet end (16) and an outlet end (18). The passageways (22, 26) of the monolith are plugged at the inlet and outlet ends of the monolith, thereby preventing direct passage of feed stock through the passageways from the inlet end to the outlet end. A microporous membrane (28) of mean pore size smaller than the mean pore size of the monolith material covers the surface of the passageways. Methods for making the back-flushable filter as well as methods for using the back-flushable filter also are provided.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号

特表平6-506138

第2部門第1区分

(43) 公表日 平成6年(1994)7月14日

(51) Int.Cl.⁸

識別記号

庁内整理番号

F I

B 0 1 D 61/18

3 0 2

8014-4D

46/00

7446-4D

46/54

7446-4D

63/00

8014-4D

65/02

8014-4D

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 8 頁)

(21) 出願番号

特願平4-502383

(86) (22) 出願日

平成3年(1991)12月5日

(85) 翻訳文提出日

平成5年(1993)7月9日

(86) 国際出願番号

PCT/US91/09122

(87) 国際公開番号

WO92/11921

(87) 国際公開日

平成4年(1992)7月23日

(31) 優先権主張番号

639, 568

(32) 優先日

1991年1月10日

(33) 優先権主張国

米国 (US)

(81) 指定国

EP (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IT, LU, MC, NL, SE), AU, BR, CA, JP, NO

(71) 出願人

セラメム コーポレーション

アメリカ合衆国02154 マサチューセッツ
州, ウォルサム, クレマティス アベニュー
12

(72) 発明者

ゴールドスミス, ロバート, エル,

アメリカ合衆国01778 マサチューセッツ
州ベルモント, ウェイバーリー ストリート
323

(72) 発明者

ビショップ, ブルース, エイ,

アメリカ合衆国02139 マサチューセッツ
州ケンブリッジ, エイコーン ストリート
13

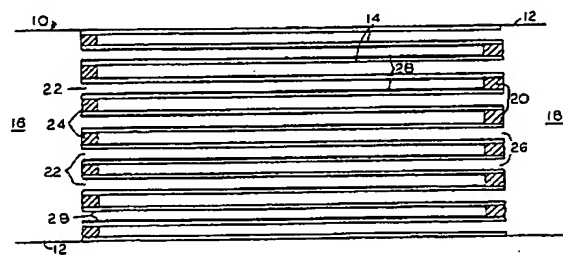
(74) 代理人

弁理士 浅村 皓 (外3名)

(54) 【発明の名称】 逆フラッシュ可能な過装置およびこの装置の形成および使用方法

(57) 【要約】

逆フラッシュ処理のできる過装置が提供される。この装置は入口端(16)および出口端(18)を有する多孔質材料(14)でできたモノリス(10)を含む。モノリスの通路(22, 26)はモノリスの入口端および出口端で閉塞され、これにより入口端から出口端へ通路を通して原材料が直接的に流れるのを防止する。モノリス材料の平均孔寸法よりも小さい平均孔寸法を有するマイクロポラス皮膜(28)が通路の表面を覆う。逆フラッシュ処理のできるフィルターを形成する方法、並びにその逆フラッシュ処理のできるフィルターを使用する方法も提供される。



請求項の記載図

1. 微粒子を含む原材料をろ過流体と、微粒子を含有するフィルターケーキとに分離するためのろ過装置において、このろ過装置は、入口端面から出口端面へ長手方向に延在する複数の通路を含み、また、入口端面および出口端面にて通路の端部に備えられた複数の栓を有して、原材料が入口端面から出口端面まで通路を通して直接的に流れるのを阻止するようにされたモノリスを含んで構成されており、

原材料をろ過流体と微粒子含有フィルターケーキに分離するために選択された皮膜であり、この皮膜は少なくとも入口端面に開口した通路の壁部表面に付与され、その平均孔寸法はモノリスの多孔質材料の平均孔寸法よりも小さく、原材料の微粒子が多孔質材料の孔の中に侵入するのをこの皮膜が実質的に阻止し、また、このろ過装置がその入口端面からフィルターケーキを取出して再生することができることを特徴とするろ過装置。

2. 請求項1のろ過装置であって、モノリス材料が多孔質セラミックスであるろ過装置。

3. 請求項1のろ過装置であって、皮膜がポリメリック膜であるろ過装置。

4. 請求項1のろ過装置であって、皮膜がセラミックス膜であるろ過装置。

分離するために選択されたマイクロポーラスセラミックス皮膜であり、この皮膜は少なくとも入口端面に開口した通路の壁部表面に付与され、その平均孔寸法は約0.1〜5ミクロンで、モノリスの多孔質材料の平均孔寸法よりも小さく、皮膜の平均孔寸法に対する多孔質材料の平均孔寸法の比が2〜500の範囲であり、原材料の微粒子が多孔質材料の孔の中に侵入するのをこの皮膜が実質的に阻止し、また、このろ過装置がその入口端面からフィルターケーキを取出して再生することができることを特徴とするろ過装置。

12. 微粒子を含む原材料をろ過流体と、微粒子を含有するフィルターケーキとに分離するためのろ過装置を形成する方法において、この方法は、入口端面から出口端面へ長手方向に延在する複数の通路を含むとともに、入口端面および出口端面にて通路の端部に備えられた複数の栓を有して、原材料が入口端面から出口端面まで通路を通して直接的に流れるのを阻止するようにされたモノリスを準備する段階を含み、

原材料をろ過流体と微粒子含有フィルターケーキに分離するために選択された皮膜を準備し、この皮膜は少なくとも入口端面に開口した通路の壁部表面に付与され、その平均孔寸法はモノリスの多孔質材料の平均孔寸法よりも小さく、原材料の微粒子が多孔質材料の孔の中に侵入するのをこの皮膜が実質的に阻止し、また、このろ過装置がその入口端面からフィルターケ

5. 請求項1のろ過装置であって、皮膜の平均孔寸法が0.1ミクロン〜5ミクロンの範囲であるろ過装置。

6. 請求項1のろ過装置であって、皮膜の平均孔寸法に対するモノリス材料の平均孔寸法の比が2〜500の範囲であるろ過装置。

7. 請求項1のろ過装置であって、皮膜の平均孔寸法に対するモノリス材料の平均孔寸法の比が10〜250の範囲であるろ過装置。

8. 請求項1のろ過装置であって、栓が隣接通路の交互の端部に配置されたるろ過装置。

9. 請求項1のろ過装置であって、5ミクロン微粒子に関する装置の初期保持効率が99%を超えるろ過装置。

10. 請求項1のろ過装置であって、0.5ミクロン微粒子に関する装置の初期保持効率が99%を超えるろ過装置。

11. 微粒子を含む原材料をろ過流体と、微粒子を含有するフィルターケーキとに分離するためのろ過装置において、このろ過装置は、入口端面から出口端面へ長手方向に延在する複数の通路を含み、また、入口端面および出口端面にて通路の端部に備えられた複数の栓を有して、原材料が入口端面から出口端面まで通路を通して直接的に流れるのを阻止するようにされたモノリスを含んで構成されており、

原材料をろ過流体と微粒子含有フィルターケーキに

キを取出して再生することができるようにされたことを特徴とするろ過装置の形成方法。

13. 請求項12の方法であって、多孔質のセラミックスモノリス材料を準備し、マイクロポーラスセラミックス皮膜を付与する段階を含む方法。

14. 請求項12の方法であって、マイクロポーラス皮膜の平均孔寸法に対するモノリス材料の平均孔寸法の比が10〜250の範囲である方法。

15. 請求項12の方法であって、マイクロポーラス皮膜の厚さが約100ミクロンである方法。

16. 請求項12の方法で製造されたるろ過装置。

17. 微粒子を含む原材料をろ過流体と、微粒子を含有するフィルターケーキとに分離する方法において、この方法は、入口端面から出口端面へ長手方向に延在する複数の通路を含むとともに、入口端面および出口端面にて通路の端部に備えられた複数の栓を有して、原材料が入口端面から出口端面まで通路を通して直接的に流れるのを阻止するようにされたモノリスを準備する段階を含み、

a) 原材料をろ過流体と微粒子含有フィルターケーキに分離するために選択されたマイクロポーラス皮膜を準備し、この皮膜は少なくとも入口端面に開口した通路の壁部表面に付与され、その平均孔寸法はモノリスの多孔質材料の平均孔寸法よりも小さく、原材料の

微粒子が多孔質材料の孔の中に侵入するのをこの皮膜が実質的に阻止し、

b) 原材料をモノリスの入口端面に、また、皮膜を糊えた入口端面に開口する複数の通路の^{中に}導き、

c) 出口端面からろ過流体を取出し、このろ過流体は入口端面に開口する通路を出口端面に開口する通路と隔てる皮膜の被覆されたモノリス壁部を通過され、

d) 入口端面に開口する通路の壁部表面に付与されている皮膜上に、原材料から生じた微粒子含有材料のフィルターケーキを形成し、および

e) ろ過装置の入口端面からフィルターケーキを取出してろ過装置を再生する諸段階を含む分離方法。

18. 請求項17の方法であって、流体でろ過装置を逆フラッシュ処理して、そのろ過装置を再生させる段階を含む方法。

19. 請求項17の方法であって、少なくとも入口端面に開口する通路の壁部表面に約0.1~5ミクロンの平均孔寸法を有するマイクロポーラスセラミック皮膜が付与された多孔質セラミック材料のモノリスの内部に原材料を導く段階を含む方法。

20. 請求項17の方法であって、原材料から得たるろ過流体で逆フラッシュ処理してろ過装置を再生させる段階を含む方法。

22. 請求項17の方法であって、原材料が固体物質の浮遊するガス材料であり、流体でろ過装置を逆フラッ

シュ処理してそのろ過装置を再生させる段階を含む方法。

明 細 書

逆フラッシュ可能な過装置および この装置の形成および使用方法

本発明は、選択的に閉塞された通路と、この通路表面に付与されたマイクロポーラス皮膜とを有して多孔質のハニカムモノリス構造で形成された、逆フラッシュすることで再生できる微粒子用の表面フィルターに関する。

燃焼源から発生する煤を除去するためのディーゼル機関の微粒子フィルターが1980年代の初期以来十数年にわたって市販され、入手できるようになってきた。これらの装置は多孔質ハニカムセラミックモノリスで作製されており、この装置は一对の端面間にてモノリス内部を延在する多量の長手方向通路を含み、端面にて通路の開口断面が露出されている。これらの通路はそれ自体が厚い多孔質の壁部で形成され、これらの壁部は端面間を連続して延在されている。通路の円密度は、モノリスの横断面の1平方センチメートル当たり3.87本の通路(1平方インチ当たり25本の通路)以下から、1平方センチメートル当たり155本の通路(1平方インチ当たり1000本の通路)以上までの範囲とすることができ、このモノリス構造は大幅に小型化した大きな表面積のフィルターを与える。

ディーゼル機関のフィルターは典型的にはこのような

モノリス構造から、隣接する通路の交互の端部を閉塞して形成される。この構造で排気ガスの流れはこの構造体の入口面に開口している通路内に導入される。これらの通路は下流側端面で閉塞されており、このためにガス流はモノリス構造の多孔質壁部を通して流れるように強制される。炭素煤はモノリス構造の多孔質壁部の上またはその内部に捕集される。このように捕集された煤は熱酸化により遠成される間欠的な再生処理で除去される。

捕集された微粒子物質が燃焼で除去できないと、ディーゼル機関のフィルターを再生することは極めて困難になる。例えば、表面フィルターとして機能するフィルターに関してしばしば使用される方法である逆フラッシュ処理による再生はほとんど効果がない。何故ならば、微細物質は多孔質構造の内部に侵入して閉塞を引き起こすからである。このように機能するいわゆるデプスフィルターと呼ばれるフィルター構造は、一般に1回きりの使用で使い捨てできるフィルターとされる。

ディーゼル機関の微粒子フィルターに好適なハニカムモノリスに使用されるセラミック材料の平均孔寸法は様々となることができ、典型的には約10ミクロン~50ミクロンの範囲である。このような材料の孔寸法の分布は一般に非常に広い。装置は、単位ろ過面積につき所望のガス流量で低い圧力低下となるように、比較的大きな孔寸法が選択される。このようなディーゼル機関のフィルターの壁部はその厚さを横断して実質的に均質な孔構

造を有するので、それ故に、典型的に使用される壁厚に関して、ディーゼル機関の応用例にとって望ましくないほどの圧力低下を生じないようにいっそう微細な孔寸法を使用することはできない。

ディーゼル機関のフィルターの孔寸法および孔寸法分布は、典型的な表面ろ過応用例として使用されるならば微粒子物質が孔構造に侵入してこれを閉塞することになる。フィルターを再生させるための逆フラッシュ処理は孔構造のこのような閉塞には効果がない。

発明の概要

それ故に本発明は、逆フラッシュ処理によって再生できる新規なろ過装置を提供することである。

本発明の他の目的は、装置の体積に対して表面積が大きいこのようなフィルターを提供することである。

本発明の更に他の目的は、このようなろ過装置を作るための方法を提供することである。

本発明は、モノリス内通路のろ過表面が十分に小さい孔寸法を有するマイクロポーラス皮膜で被覆され、ろ過すべき流体中の微粒子物質がその皮膜の表面上で除去されて、モノリス材料の孔構造に侵入するのを防止されるならば、大きな孔寸法のモノリスから逆フラッシュ処理可能なフィルターが作製できることを実現した結果として、得られた。この装置は、数ミクロンからミクロン以下の寸法までの粒子寸法の微粒子物質の除去のために、ガスや液体のろ過に広く利用できる。

シライト、ムライト、スピネル、炭化けい素、窒化けい素、およびそれらの混合物を含むグループから選択され、熱焼結により、または反応性の無機結合剤で結合される。

膜の孔寸法は0.1ミクロン〜5ミクロンの範囲が好ましく、また、膜の平均孔寸法に対するモノリス材料の平均孔寸法の比は2〜500の範囲が好ましく、10〜250がより好ましい。

1つの実施例では、閉塞は隣接する通路の交互の端部で行われる。

フィルターの初期の保持効率は5ミクロン粒子に対して99%を超え、また、0.5ミクロン粒子に対して99%を超えるのが好ましい。

本発明は、モノリスの入口端面から出口端面へと長手方向に延在する複数の通路を有する多孔質材料のモノリスでろ過装置を形成する方法であって、出口端面で通路を閉塞するが入口端面ではそれらの通路を閉塞しない状態のままにして入口通路とし、他の通路を入口端面で閉塞するが出口端面ではそれらの通路を閉塞しない状態のままにして出口通路とし、また、少なくとも入口通路の壁部の表面に対してモノリスの孔寸法より小さい孔寸法のマイクロポーラス膜を付与する段階を含む方法の特徴とする。

本発明は更に、原材料をろ過する方法を特徴とする。この方法によれば、原材料は複数の長手方向の通路と、入口端および出口端とを有する多孔質材料のモノリスの

本発明は、入口端面で原材料を受取り、この原材料をろ過流体とろ過ケーキとに分離するろ過装置を特徴とする。このフィルターは、ろ過流体が内部を流れて排出されるモノリスの入口端面から出口端面へ向けて複数の通路が長手方向に延在している多孔質材料のモノリスで構成される。モノリスの入口端面および出口端面における通路端部での複数の閉塞部が通路を通して入口端面から出口端面へ至る原材料の直接的な通過を阻止し、また、このモノリス材料の平均孔寸法よりも小さい平均孔寸法を有するマイクロポーラス膜が通路表面に付与される。

1つの実施例では、モノリス材料は多孔質セラミックとされ、コーシライト、アルミナ、シリカ、ムライト、ジルコニア、チタニア、スピネル、炭化けい素、窒化けい素、およびそれらの混合物を含むグループから選択される。

他の実施例では、膜はポリメリック膜とされ、セルロース、セルロースアセテート、セルロースニトレート、ポリエチレン、ポリプロピレン、ナイロンおよびその他のポリアミド、ポリエステル、ポリカーボネート、ポリビニリデンディフルオライド、ポリテトラフルオロエチレン、ポリスルホン、ポリエーテルスルホン、ポリアクリロニトリル、およびそれらの混合物を含むグループから選択される。

更に他の実施例では、膜はセラミック膜とされ、アルミナ、ジルコニア、チタニア、シリカ、ジルコン、コー

内部に導かれる。このモノリスは、入口端に侵入する原材料が出口端から排出されるためには通路を長手方向に隔離するモノリスの壁部を通して流れなければならないように構成され配置されている。このモノリスの壁部は少なくとも原材料と接触する側をそのモノリス材料の平均孔寸法よりも小さい平均孔寸法のマイクロポーラス膜で被覆される。フィルターケーキはろ過時にマイクロポーラス膜上に形成され、しかる後に流れを逆転してフィルターケーキがマイクロポーラス膜から除去されるようにする。更に、除去されたフィルターケーキは収集される。

図面の簡単な説明

第1図は、構造軸線に平行でモノリス端面の平面に直交な面に沿うモノリスフィルター構造の横断面図を示す。

第2図は、フィルターとしてフィルターが作動するときの同じ横断面図を示す。

第3図は、逆フラッシュ処理によりフィルターが再生されるときと同じ横断面図を示す。

第4図は、第1の閉塞状況を詳細に示す逆フラッシュ処理可能なフィルターの端面図を示す。

第5図は、第2の閉塞状況を詳細に示す逆フラッシュ処理可能なフィルターの端面図を示す。

本発明の詳細な説明

第1図に示されるように、本発明はハウジング12の中にモノリス10を含む。モノリスは多孔質の長手方向

壁部14を有し、この壁部はモノリスの入口端面18からモノリスの出口端面18へ延在する複数の長手方向通路を形成する。フィルター本体はこのようなモノリスで、隣接した通路の交互の端部を閉塞し、これによって入口および出口通路を形成することで形成されている。このようにして、栓20が入口通路22の出口端を閉じ、栓24が出口通路28の入口端を閉じる。この構造はろ過流体を排出するモノリスの入口端から出口端へ原材料が通路を通して直接的に流れるのを阻止する。この代わりに、入口端から入口通路に侵入する原材料は、排出されるためには入口通路と出口通路とを隔てている多孔質モノリス壁部14を通して流れねばならない。

マイクロポーラス薄膜28が少なくとも入口通路を形成する壁部の表面上に形成されている。この膜の孔寸法はモノリス材料の孔寸法よりも小さく、フィルターで除去する微粒子物質の寸法よりも小さいことが好ましい。

第2図に示されるように、ろ過の間、ろ過すべき原材料の流れ(矢印30)は入口通路22の中に導かれ、マイクロポーラス膜28と、これを支持している入口および出口通路を隔てるモノリス壁部14とを通して流れるように強制される。微粒子物質はフィルターケーキ32として膜表面上に保持される。

第3図に示されるように、フィルターは流れを逆転(矢印34)させて、すなわち出口端面から出口通路の中へ、そしてモノリス壁部14を通して入口通路の中へ

と逆フラッシュ処理することで、再生される。フィルターケーキ32は膜表面から落とされて、入口端面から流出される逆フラッシュ流体中で洗い流される。

第4a図において、入口端面18では1つ僅きの通路が24で栓をされて出口通路28となされており、閉塞されなかった通路は入口通路22とされる。第4b図に示された出口端面18では、入口端面で閉塞されていないこれらの通路は20で栓をされ、入口端面で栓をされた通路は栓をされないでそのまま残される。

第5a図において異なる閉塞状態が示されている。この状態の入口端面18において、通路の25%だけが栓24で閉塞されている。出口端面18では、通路23の75%が栓20で閉塞されている。この状態は流入する原材料に対するいっそう大きなろ過面積を可能にする。

各々の可能な閉塞状態に関して、入口端面から出口端面へと開いたまま残された通路は全くない。すなわち、複数の通路がモノリスの一端面で閉塞されると、他の通路の全てが反対側の端面で閉塞されねばならない。この閉塞条件が入口端面から出口端面へと通路を通して原材料が直接的に流れるのを阻止する。

通路は両方の端面で閉塞されることができ、その通路は各端面から隔離され、それ故にろ過に関して作用不能となる。この特別な通路の隔離は第4図および第5図に示したように小さな通路に関して実施され、通路の減少された寸法のためにマイクロポーラス膜で被覆され

るのが困難な通路を隔離するようになされる。

多孔質モノリスはセラミック、ガラス結合セラミック、ガラス、焼結金属、サーマット、樹脂または誘起ポリマー、ペーパーまたは織布、およびそれらの様々な組合せを含む多孔質材料で形成できる。セラミックにはコーゾライト、アルミナ、シリカ、ムライト、ジルコニア、チタニア、スピネル、炭化けい素、窒化けい素、およびそれらの混合物が含まれる。これらのセラミック材料はモノリスにも使用され、セラミック材料はガラスで結合される。

適当に高い流体透過性を得るために、モノリス材料の平均孔寸法は約5ミクロンより大きいのが好ましく、また、この材料の多孔性は約40体積%を上回ることが好ましい。隣接した通路の交互の端部をシールするのに使用された栓はポリメリックまたは無機質とされることができ、また、通常は良好な接着性およびモノリス材料との化学的および熱的な相容性を有するように選択される。

皮膜はポリメリック材料および無機材料を含む様々な材料で形成できる。使用できるポリメリック材料はセルロース、セルロースアセテート、セルロースニトレート、ポリエチレン、ポリプロピレン、ナイロンおよびその他のポリアミド、ポリエステル、ポリカーボネート、ポリビニルデンディフルオライド、ポリテトラフルオロエチレン、ポリスルホン、ポリエーテルスルホン、ポリアク

リロニトリル、およびそれらの混合物を含む。使用できる無機材料は焼結金属およびセラミック膜を含む。セラミック膜はアルミナ、ジルコニア、チタニア、シリカ、ジルコン、コーゾライト、ムライト、スピネル、炭化けい素、窒化けい素、およびそれらの混合物を含み、1988年5月24日付けで出願され、「反応性無機結合剤による多孔質無機質の膜、およびその形成方法」と題する関連出願第07/198、195号に記載されているように熱焼結により、または反応性の無機結合剤で結合されるのであり、この特許の開示内容は全て参照することでここに引用導入される。

この皮膜の平均孔寸法は0.1ミクロン〜5ミクロンの範囲が好ましい。この皮膜の厚さは、その皮膜の液圧抵抗を最少限にするようにできるだけ薄くされねばならず、100ミクロンより薄いのが好ましい。

この皮膜は入口通路に対してだけ付与され、あるいはこの代わりに入口および出口通路の両方に付与されることができ、両方の通路に付与される場合、清浄フィルターの流動抵抗は増大する。しかしながら出口通路上の皮膜は逆フラッシュ処理流体の中に存在する微粒子物質でモノリス材料が詰まる可能性を排除する。また、何れかの方向に移動する流れでこの装置が逆フラッシュ処理可能なフィルターとして使用できるようにようにする。また、この皮膜は通路の端部を閉塞する前に通路にいっそう容易に付与される。

この皮膜は粘性被覆、ろ過およびスリップキャストイングを含む様々な技術で付与できる。粘性被覆はポリメリック膜を被覆するのに有用である。ろ過およびスリップキャストイングはセラミックや金属粉末の被覆を行うのに使用され、これらは引き続いて熱焼結、化学反応結合または他の結合技術で安定化されるとともに通路壁部に対して強力なコヒーレント性および接着性を与えられる。

この膜は真実には膜であり、部分的な被覆ではないことが重要である。従ってこの膜は連続被覆がモノリス端面に形成されて、この膜だけを越えてモノリスの孔に対するアクセスが行われるようにされることを意味する。最も好ましいことは、この皮膜はモノリス端面を覆うが、モノリスの孔の中には実質的な度合いで侵入しないことである。これは以下の例で詳細に記載する被覆材料および方法を使用して達成されたと考えられる。

このフィルターはガスまたは液体の原材料をろ過するのに使用できる。何れの例でも、清浄なフィルターの流動抵抗は最少限とされる。これは十分に大きな孔寸法および多孔性を有してモノリス材料が大きな流体透過性を有するようにモノリス材料を適当に選択して達成される。皮膜の抵抗は膜孔寸法、多孔性および厚さを制御して小さく保持される。好ましい膜の孔寸法は約0.1ミクロンより大きく5ミクロンより小さく、好ましい多孔性は40体積%を超え、好ましい皮膜厚さは100ミクロン

有していた。ポリビニルクロライド端部リングがシール面としてモノリスの各端部に接着された。けい素接着剤のRTV

41 (ニューヨーク州ウォーターフォードのジェネラルエレクトリックカンパニー) が使用された。端部リングの接着後、25本の通路だけが使用に供された。これらの残りの通路は栓をされてデッドエンドフィルターを得た。装置の入口面で1つ置きに全12本の通路がけい素接着剤で閉塞された。入口面に開口した通路 (全13本) は出口面で閉塞された。ろ過する流体はこれにより多孔質の通路壁部を通して流れるように強制された。流体ろ過のための通路壁部面積は約148.6平方センチメートル (0.16平方フィート) であった。

このデッドエンドフィルターは、固定した窒素ガス流で圧力低下を試験した。水柱12.7mm (0.5インチ) の圧力低下が室温の下で且つフィルターを通る表面速度が分速78.3cm (2.52フィート) の下で測定された。

このガス流の試験の後、水中に浮遊された5ミクロンアルミナ (ノートンカンパニーのコード7921) の初期保持効率が、原材料およびろ過試験での初期ろ過流体 (最初のろ過流体の約50cc) の濁り度を決定することで測定された。この試験は室温で、且つまた原材料の流量が約500cc/分の下で実施された。初期保持効率は、約1000NTUの濁り度での原材料の浮遊に対

より薄い厚さである。皮膜の平均孔寸法に対するモノリス材料の平均孔寸法の比は一般に2~500の範囲であり、10~250の範囲が好ましい。皮膜の厚さに対するモノリスの通路壁部の厚さの比は一般に2~100の範囲であり、5~50の範囲が好ましい。

フィルターは微粒子物質が実質的に存在しない逆フラッシュ処理で再生される。多くの例で、逆フラッシュ処理に使用される流体は原材料で生じたる過流体とされることが出来る。

以下の例は、皮膜が無いモノリスフィルターと本発明による皮膜の付与されたモノリスフィルターとに関する透過性の比較および分離効率の対比を与える。

例 1

1辺が約19.08mm (0.75インチ) の平方断面面積の152.8mm (6インチ) の長さのコージライトモノリスがコーニングインコーポレーテッド (ニューヨーク州コーニング) から入手した大きなモノリスサンブルから切取られた。このモノリス材料はEX68で、50%の多孔性と35ミクロンの平均孔寸法とを有していた。通路の状態は、1平方センチメートル当たり15.5本の通路 (1平方インチ当たり100本の通路) が均等な間隔で配列されていた。通路の側寸法は約1.908 (0.75インチ) であり、壁厚は約0.838mm (0.25インチ) であった。このモノリスは切断されたときに1辺に7本で、49本の平行な通路を

して17%であった。

例 2

例1と同じコージライトモノリスの全ての通路が、米国特許出願第07/198,195号に教示された方法に従って一般的なスリップキャストイングによりセラミック膜を被覆された。この膜組成は、焼結したときに重量百分率で75%のTAMジルコン酸粉 (ニューヨーク州ナイアガラフォールズのTAMセラミックスインコーポレーテッド) および25%のガラスフリットP941 (メリーランド州バルチモアのベムコプロダクツ、インダストリアル・ケミカル事業部) であった。この膜厚さは走査式電子顕微鏡で約50ミクロンであると測定され、また、膜の多孔性は約40~50体積%であると推測された。膜厚さに対するモノリス壁部厚さの比は約13であった。

端部リングが試験部材に接着され、その通路は例1の試験部材と同様に閉塞された。

皮膜を有するデッドエンドフィルターは固定された窒素ガス流で圧力低下を試験した。室温で、且つまたフィルターを通る表面速度が分速76.3cm (2.52フィート) の下で、水柱101.7mm (4インチ) の圧力低下が測定された。

この試験の後、水中を浮遊する5ミクロンおよびそれ以上の微粉アルミナ粒子 (ノートンカンパニーのコード7920) に関する初期保持効率が前述のように測定さ

れた。約1000NTUの原材料に関しては、5ミクロンアルミナについて初期保持効率は99.8%、3ミクロンアルミナについて99.7%、そして0.5ミクロンアルミナについて98.4%であった。このフィルターは水で完全に逆フラッシュ処理することで試験の間に再生された。

他の試験が0.35~0.55ミクロンの範囲の微粒子寸法の単分散ポリスチレンラテックス（ミシガン州ミルドランドのダウケミカルカンパニー、形式DL247A）の分散水溶液で行われた。約1300NTUの原材料に関するラテックスの初期保持効率は、25.2%であった。

これらの保持データに基づいて、膜の平均孔寸法は約0.2~0.5ミクロンと推定された。皮膚の平均孔寸法に対するモノリス材料の平均孔寸法の比は約70~175と推定された。

他の試験が空气中に浮遊する粉末のろ過に関して実施された。この試験では、粉末は空气中に分散され、フィルターを通して真空吸引された。フィルターはフィルターを通して流れを逆転させることで逆フラッシュ処理が行われ、試験は数サイクルについて繰り返された。ろ過サイクルの実施中、ろ過流体は塵のないことが目視された。フィルターの顕著な閉塞や詰まりがろ過および再生サイクルを繰り返すことで認められた。

本発明の他の特別な特徴は幾つかの図中に示されてい

るが他の図面には示されておらず、これはそれぞれの特徴が本発明による他の特徴の何れか、または全てと組み合わせることができることの便宜のためである。

他の実施例はこの分野に熟知した者には分かるであろう。それらは以下の請求の範囲に含まれる。

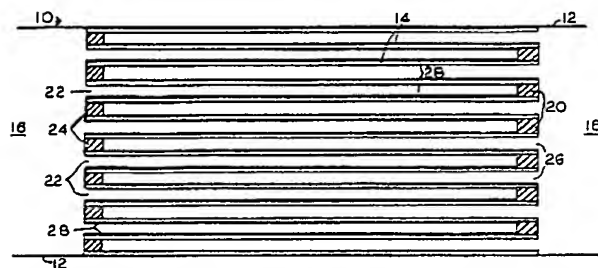


FIG. 1

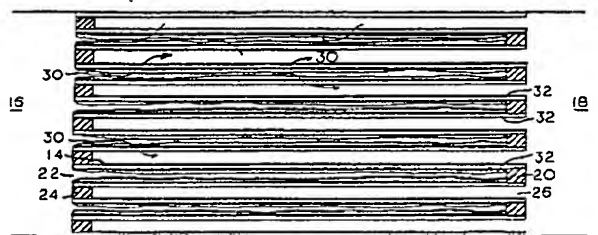


FIG. 2

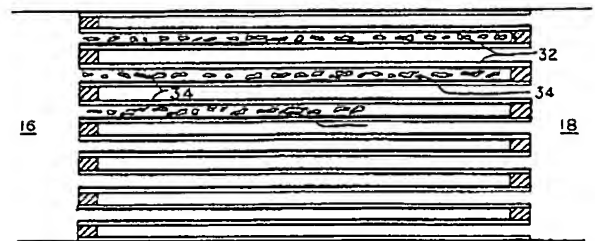


FIG. 3

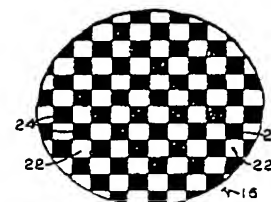


FIG. 4a

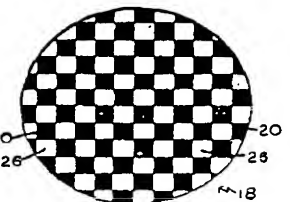


FIG. 4b

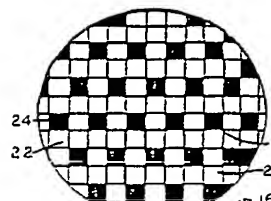


FIG. 5a

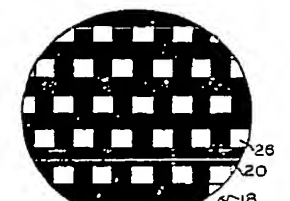


FIG. 5b

国際調査報告

International Application No. **PCT/US91/09122**

I. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER (If subject classification symbol is used, indicate on I)

According to International Patent Classification (IPC) or to one of its variants: Classification and IPC

IPC(5): B01D 61/00
U.S. Cl.: 210/650

II. FIELDS SEARCHED

Classification System: **U.S.** **210/650, 653, 108, 321, 75, 900, 27, 906 ; 910.1, 35/16, 523, 254/60**

Classification System: **U.S.** **210/650, 653, 108, 321, 75, 900, 27, 906 ; 910.1, 35/16, 523, 254/60**

Documents searched other than International Documents: **U.S. 210/650, 653, 108, 321, 75, 900, 27, 906 ; 910.1, 35/16, 523, 254/60**

III. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of Document, with author, title, date, of the relevant passages	Reference to Class No.
A	US, A, 4,983,423 (GOLDSTEIN) 08 January 1991, See abstract and column 6, lines 42-58.	1-22
A	US, A, 4,874,516 (KONDO) 17 October 1989, See entire disclosure.	3,5
A	IN, A, 4,364,760 (HIGUCHI) 21 December 1982, See entire disclosure.	1-22
A	US, A, 4,419,108 (PROST) 06 December 1983, See column 4, lines 23-68, and column 5-14.	1-22
A	US, A, 4,617,908 (PITCHER) 29 November 1983, See column 4, lines 50-58, column 5-11, and column 12, lines 1-63.	1-22
A	US, A, 4,329,162 (PITCHER) 11 May 1982, See column 4, lines 6-7, and column 8, lines 1-24.	1-22

IV. CERTIFICATE

Date of the Annual Completion of the International Search: **12 FEBRUARY 1992**

Date of Mailing of the International Search Report: **14 APR 1992**

International Searching Authority: **ISA/US**

Signature of the International Searching Authority: **ISA/US**

Signature of the International Searching Authority: **ISA/US**

International Application No. **PCT/US91/09122**

IV. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT (Continued from the second sheet)

Category	Citation of Document, with author, title, date, of the relevant passages	Reference to Class No.
A	US, A, 4,426,758 (MONTIER) 31 January 1984, See abstract column 6, lines 56-68, Column 7-13 and column 14, lines 14-60.	1-22
A	US, A, 4,416,675 (MONTIER) 22 November 1983, See abstract, column 3, lines 56-68, column 4-6 and column 7, lines 1-59.	1-22
A	US, A, 4,416,676 (MONTIER) 22 November 1983, See abstract column 5, lines 44-68, column 6-13 and column 14, lines 1-11.	1-22
A	US, A, 4,830,749 (ORANCO) 16 May 1989, See column 2, lines 63-65, column 3-5, and column 6, lines 1-64.	1-22

【公報種別】特許法第17条第1項及び特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第2部門第1区分

【発行日】平成11年(1999)5月11日

【公表番号】特表平6-506138

【公表日】平成6年(1994)7月14日

【年通号数】

【出願番号】特願平4-502383

【国際特許分類第6版】

B01D 61/18
46/00 302
46/54
63/00
65/02

【F I】

B01D 61/18
46/00 302
46/54
63/00
65/02

予 知 補 正 書

平成10年12月7日

特許庁長官 吉田 隆夫 様

1. 事件の表示

平成4年特許第502383号

2. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

名 称 セラメル コーポレーション

3. 代 理 人

住 所 〒100-0004 東京都千代田区大手町二丁目2番1号
新 大 手 町 ビ ル ア ン ク 3 3 1
電 話 (3211) 3551 (代 表)
氏 名 (6669) 浅 木 正 幸

4. 補正により減少する請求項の数 18

5. 補正対象発明名

明 細 書

請求の範囲

6. 補正対象項目名

明 細 書

請求の範囲

7. 補正の内容 原紙のとおり

(1) 発明の名称を次の通り補正する。

『ろ過装置、ろ過装置を形成する方法および原料粒をろ過媒体とフィルタケー
ーキとに分離する方法』

(2) 請求の範囲を別紙の通り補正する。

(3) 明細書第1頁第7行、第3頁第18行、第4頁第10行、第5頁第21行、
第6頁第6行、第7行から第8行、第9行、第7頁第18行から第19行、第
8頁第25行の「マイクロポーラス」を『微小孔のある』に補正する。

(4) 図第7頁第13行の「マイクロポーラス薄膜」を『微小孔のある薄い膜』に
補正する。

7 請求の範囲

1. 微粒子を含む原料を、ろ過媒体と微粒子含有のフィルターケーキとに分離するろ過装置であって、入口端面から出口端面へ長手方向に延在する複数の通路を含み、また入口端面および出口端面において通路の端部にある複数の穴を有し、原料が入口端面から出口端面まで通路をまっすぐ通過するのを阻止するようにされた多孔質材料のモノリスを含むろ過装置において、

原料をろ過媒体と微粒子含有のフィルターケーキとに分離するために選択された皮膜を含む、この皮膜は入口端面に開口した通路の少なくとも一部表面に付与され、その平均寸法はモノリスの多孔質材料の平均寸法よりも小さく、該皮膜は原料の微粒子が多孔質材料の孔の中へ侵入するのを実質的に阻止する段壁、また該ろ過装置がその入口端面からフィルターケーキを取り出すことにより再生可能であることを特徴とするろ過装置。

2. 微粒子を含む原料を、ろ過媒体と微粒子含有のフィルターケーキとに分離するろ過装置を形成する方法であって、入口端面から出口端面へ長手方向に延在する複数の通路を含み、かつ入口端面および出口端面において通路の端部にある複数の穴を有し、原料が入口端面から出口端面へ通路をまっすぐ通過するのを阻止する多孔質材料のモノリスを提供することを含む方法において、

原料をろ過媒体と微粒子含有のフィルターケーキとに分離するために選択された微小孔のある皮膜を付与し、この皮膜は入口端面に開口した通路の少なくとも一部表面に付与され、その平均寸法はモノリスの多孔質材料の平均寸法よりも小さく、該皮膜は原料の微粒子が多孔質材料の孔の中へ侵入するのを実質的に阻止し、また該ろ過装置がその入口端面からフィルターケーキを取り出すことにより再生可能であることを特徴とするろ過装置を形成する方法。

3. 微粒子を含む原料を、ろ過媒体と微粒子含有のフィルターケーキとに分離する方法であって、入口端面から出口端面へ長手方向に延在する複数の通路を含み、かつ入口端面および出口端面において通路の端部にある複数の穴を有し、原料が入口端面から出口端面まで通路をまっすぐ通過するのを阻止する多孔質材料のモノリスを提供する段階を含む方法において、

a) 原料を、ろ過媒体と微粒子含有のフィルターケーキとに分離するために選択された微小孔のある皮膜を提供し、この皮膜は入口端面に開口した通路の少なくとも一部表面に付与され、その平均寸法はモノリスの多孔質材料の平均寸法よりも小さく、該皮膜は原料の微粒子が多孔質材料の孔の中へ侵入するのを実質的に阻止する段壁、

b) 原料をモノリスの入口端面に、また皮膜を備えた入口端面に開口する複数の通路のみに導く段階、

c) 出口端面からろ過媒体を取り出し、このろ過媒体は入口端面に開口する通路を出口端面に開口する通路から隔てる皮膜の被覆されたモノリス層部を通過する段階、

d) 入口端面に開口する通路の壁部表面に付与された皮膜上に、原料から生じた微粒子含有材料のフィルターケーキを形成する段階、および

e) ろ過装置の入口端面からフィルターケーキを取り出すことによりろ過装置を再生する段階、

を含む原料をろ過媒体と微粒子含有のフィルターケーキとに分離する方法。」